

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation <sup>5</sup> :  C04B 35/58, D21F 1/48	A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 92/19565 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 12. November 1992 (12.11.92)
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP92/00847</p> <p>(22) Internationales Anmeldedatum: 15. April 1992 (15.04.92)</p> <p>(30) Prioritätsdaten: P 41 13 702.7                      26. April 1991 (26.04.91)                      DE</p> <p>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): CERA-SIV GMBH INNOVATIVES KERAMIK-ENGINEERING [DE/DE]; Fabrikstrasse 23-29, D-7310 Plochingen (DE).</p> <p>(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US) : NAGEL, Alwin [DE/DE]; Max-Liebermann-Str. 15, D-7316 Köngen (DE). SUTTOR, Harald [DE/DE]; Eichendorffstr. 8, D-7300 Esslingen (DE).</p>		<p>(81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), BE (europäisches Patent), CA, CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FI, FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (europäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), MC (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), NO, SE (europäisches Patent), US.</p> <p>Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht.</p>
<p>(54) Title: BEARER FOR THE SCREEN OR FELT OF A PAPER OR CARDBOARD MACHINE, PROCESS FOR MAKING IT AND ITS USE</p>		
<p>(54) Bezeichnung: TRAGELEMENT FÜR DAS SIEB BZW. DEN FILZ EINER PAPIER- ODER KARTONMASCHINE, VERFAHREN ZU SEINER HERSTELLUNG UND SEINE VERWENDUNG</p>		
<p>(57) Abstract</p>		
<p>A bearer for the screen or felt of a paper machine consists of one or more combined sintered mouldings based on silicon nitride, the main structural phase of which is needle-like <math>\beta</math> silicon nitride grains which are surrounded by an amorphous or partly crystalline grain boundary phase of a rare earth/aluminium silicate phase, in which the cationic impurity content of the sintered moulding is less than 1 wt % and all parts by weight are made up to 100 wt % and said grains have an average diameter of no more than 1.5 <math>\mu</math>m. The sintered mouldings have a bend strength of at least 500 MPa and a Vickers hardness HV 0.5 of 1,400 to 1,700.</p>		
<p>(57) Zusammenfassung</p>		
<p>Ein Tragelement für das Sieb oder den Filz einer Papiermaschine besteht aus einem oder mehreren zusammengesetzten Sinterformkörpern auf Basis von Siliziumnitrid, deren Hauptgefügephase aus spießförmigen <math>\beta</math>-Siliziumnitridkörnern besteht, die von einer amorphen oder teilkristallinen Korngrenzenphase aus einer Seltenen Erde/Aluminiumsilikatphase umgeben sind, wobei der Gehalt an kationischen Verunreinigungen im Sinterformkörper weniger als 1 Gew. % beträgt und sich alle Gew.-Teile auf 100 Gew.% ergänzen und die besagten Körner einen mittleren Korndurchmesser von nicht mehr als 1,5 <math>\mu</math>m aufweisen. Die Sinterformkörper besitzen eine Biegebruchfestigkeit von mind. 500 MPa und eine Vickershärte HV 0,5 von 1.400 bis 1.700.</p>		

# **LEDIGLICH ZUR INFORMATION**

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	FI	Finnland	MN	Mongolei
AU	Australien	FR	Frankreich	MR	Mauritanien
BB	Barbados	GA	Gabon	MW	Malawi
BE	Belgien	GB	Vereinigtes Königreich	NL	Niederlande
BF	Burkina Faso	GN	Guinea	NO	Norwegen
BG	Bulgarien	GR	Griechenland	PL	Polen
BJ	Benin	HU	Ungarn	RO	Rumänien
BR	Brasilien	IE	Irland	RU	Russische Föderation
CA	Kanada	IT	Italien	SD	Sudan
CF	Zentrale Afrikanische Republik	JP	Japan	SE	Schweden
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SN	Senegal
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SU	Sowjet Union
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	TD	Tschad
CM	Kamerun	LK	Sri Lanka	TC	Togo
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	US	Vereinigte Staaten von Amerika
DE*	Deutschland	MC	Monaco		
DK	Dänemark	MG	Madagaskar		
ES	Spanien	ML	Mali		

1

Tragelement für das Sieb bzw. den Filz einer  
Papier- oder Kartonmaschine, Verfahren zu  
seiner Herstellung und seine Verwendung

Die Erfindung betrifft ein Tragelement für das Sieb  
bzw. den Filz einer Papier-oder Kartonmaschine, wie  
Siebtisch, Stütztisch, Foil, Saugkastenbelag,  
Deflektor und Rohrsauger, welches sowohl der Sieb-  
oder Filzunterstützung als auch der Entwässerung dient  
und aus einem oder mehreren zusammengesetzten  
Sinterformkörpern auf Basis von Siliziumnitrid  
besteht.

Als Werkstoff wurde für die Tragelemente von Papier-  
und Kartonmaschinen bisher vorwiegend Oxidkeramik,  
insbesondere Aluminiumoxid vorgeschlagen, s.  
DE-A-20 26 457 und DE-C-29 09 291. Als weiterer  
Werkstoff ist aus der DE-A-38 23 882 und der  
DE-A-33 06 457 Siliziumkarbid bekannt. Gemäß der  
DE-A-29 50 024 sind auch bereits Stützeinrichtungen  
für Papiermaschinensiebe bekannt, deren  
Zusammensetzung als im wesentlichen aus Siliziumnitrid  
bestehend angegeben wird. Neben Siliziumnitrid enthält  
das Material dieser bekannten Tragelemente Eisen,

-2-

Eisenoxid, Ferrosilizium und Magnesiumoxid. Die Biegebruchfestigkeit des gesinterten Siliziumnitrids ist mit 25 bis 37 kg/mm<sup>2</sup> entsprechend 245 bis 363 MPa sehr gering, andererseits entspricht die Härte derjenigen einer Tonerdekeramik. Wie sich dazu aus der eingangs genannten DE-C-29 09 291 ergibt, liegt die Vickers-Härte von bekannten Aluminiumoxidkeramiken bei 1.600 bis 1.800.

Aus der JP-A-63307167 ist eine Pulverzusammensetzung aus mind. 50 Gew.% Siliziumnitrid, einer mittleren Korngröße von nicht mehr als 10 µm bekannt, der 0,5 bis 15 Gew.% Aluminiumoxid mit einer mittleren Korngröße von nicht mehr als 10 µm, 5 bis 10 Gew.% Siliziumdioxid mit einer mittleren Korngröße von nicht mehr als 15 µm und 2 bis 8 Gew.% Yttriumoxid mit einer mittleren Korngröße von nicht mehr als 10 µm zugesetzt sind. Aus dieser Pulvermischung wird ein Artikel geformt und unter Stickstoff bei einem Druck von weniger als 2 atm während einer Stunde bei 1.600 bis 1.850 °C gesintert.

Gemäß der US-A-48 92 848 ist ein Verfahren zur Herstellung von Gasturbinenbauteilen bekannt, das eine Zugabe von 2 bis 13 Gew.% Sinterhilfsmittel zu Siliziumnitrid vorsieht. Das Sinterhilfsmittel besteht aus 1 bis 7 Gew.% eines anorganischen und zur Ausbildung einer flüssigen Phase mit niedrigem Schmelzpunkt geeigneten Oxids, wie z. B. Siliziumdioxid, Magnesiumoxid, Kalziumoxid oder Strontiumoxid; der Rest des Sinterhilfsmittels besteht aus einem Oxid oder Nitrid eines Elements der Gruppe IIIa des PSE, z. B. Aluminiumoxid, Yttriumoxid. Zur

-3-

Ausbildung einer Flüssigphase wird zunächst bei 1.650 bis 1.800 °C unter Stickstoff gesintert. In einem anschließenden Verfahrensschritt wird der gesinterte Körper unter Stickstoffatmosphäre zwischen 1.900 und 2.000 °C zur Verflüchtigung der Flüssigphase behandelt. Dabei entsteht eine Siliziumnitrid-Keramik mit reduziertem Oxidgehalt im inneren und höherem - jedoch unter 3 Gew.% liegendem - Sauerstoffanteil an der Oberfläche.

Die bekannten Tragelemente aus Oxidkeramik weisen trotz ihrer hohen Härte noch verschiedene Nachteile auf, insbesondere wenn Faserstoffmischungen, die abrasive Füllstoffe, wie z.B. Titandioxid und Kalziumkarbonat enthalten, verarbeitet werden. Insbesondere besteht darin ein Nachteil, daß durch das über das Tragelement geführte Papiermaschinensieb im Tragelement Einschnitte entstehen, die einmal entstanden, außerordentlich verschleißfördernd wirken und die rasche Zerstörung des Siebes zur Folge haben.

Das auch bereits zur Herstellung von Tragelementen vorgeschlagene Siliziumnitrid weist den Nachteil einer noch nicht ausreichenden Korrosionsbeständigkeit und geringen mechanischen Festigkeit auf. Die geringe Korrosionsbeständigkeit ist dabei auf die infolge des Vorliegens von Eisen, Eisenoxid und Ferrosilizium überwiegend mit metallischer Natur ausgebildete Korngrenzenphase zurückzuführen. Infolge des auf der Oberfläche des Siliziumnitrids in unvermeidbarer Weise aber nur in geringen Anteilen vorliegenden Siliziumdioxids kann ein geringerer Teil der Korngrenzenphase als Eisensilikat- oder

-4-

Eisenmagnesiumsilikatmischung ausgebildet sein. Jedoch handelt es sich bei diesem Teil der Korngrenzenphase mehr um eine mit Siliziumdioxid verunreinigte Eisenoxidphase bzw. Eisen-/Magnesiumsilikatphase, die infolge ihres geringen Anteils ohne Einfluß auf die Korrosionsbeständigkeit ist. Die geringe Korrosionsbeständigkeit wirkt sich insbesondere bei der Reinigung der Papiermaschine mit sauren oder alkalischen Hilfsmitteln aus, die auf die metallische Korngrenzenphase korrodierend wirken.

Die geringe Biegefestigkeit und der niedrige Elastizitätsmodul (Young'scher Modul), der beispielhaft mit  $2,5 \times 10^6 \text{ kg/cm}^2$  entsprechend 245 GPA angegeben wird, kennzeichnen ein Material von geringer mechanischer Beständigkeit, die sich insbesondere beim Hantieren mit den Bauteilen während des Einbaus oder während notwendiger Reparaturarbeiten nachteilig in Form einer unzureichenden Schlagfestigkeit und Stoßbeanspruchbarkeit bemerkbar macht.

Ein weiterer Nachteil der bekannten Tragelemente aus Siliziumnitrid liegt in ihrer geringen Thermoschockbeständigkeit. Dieser Eigenschaft kommt eine entscheidende Bedeutung beim Trockenlauf der Papier- oder Kartonmaschine zu, d.h. wenn das Sieb beim Anfahren oder Abstellen der Maschine oder bei Betriebsstörungen ohne Wasser bzw. Faserstoffbrei über das Traglelement läuft. Durch die hohen Siebgeschwindigkeiten kann es dabei in Sekundenbruchteilen zu lokalen Überhitzungen der Tragelemente und damit zu Risse verursachenden Spannungsspitzen kommen. Selbst kleinste Risse

-5-

bewirken anschließend eine dramatisch verringerte Lebensdauer der Tragelemente. Obwohl die inzwischen entwickelten Siliziumnitridkeramiken über verbesserte mechanische Eigenschaften verfügen, konnten Tragelemente aus Siliziumnitrid die bekannten Tragelemente aus Oxidkeramik bisher nicht verdrängen.

Die Aufgabe der Erfindung ist es, die noch bestehenden Nachteile zu beseitigen und ein Tragelement mit erhöhter Verschleißfestigkeit, Korrosionsbeständigkeit und verbesserter Thermoschockbeständigkeit zur Verfügung zu stellen. Wie Untersuchungen der Erfinder ergeben haben, lassen sich die anstehenden Probleme durch die Verwendung eines Tragelementes aus einem Siliziumnitrid mit bestimmter Zusammensetzung und Mikrostruktur sowie bestimmtem Eigenschaftsspektrum lösen.

Zur Lösung der anstehenden Aufgabe sieht die Erfindung daher bei einem Tragelement nach dem Gattungsbegriff des Patentanspruchs 1 vor, daß:

- A: - die Hauptgefügephase der Sinterformkörper aus spießförmigen  $\beta$ -Siliziumnitridkörnern besteht,
- die besagten Körner von einer amorphen oder teilkristallinen Korngrenzenphase umgeben sind, die aus:
    - einer Seltenen Erde/Aluminiumsilikatphase und/oder
    - einer Yttriumaluminiumsilikatphase und/oder
    - einer Magnesium/Aluminiumsilikatphase besteht,

-6-

- der Gehalt an kationischen Verunreinigungen im Sinterformkörper weniger als 1 Gew.% beträgt,
- wobei sich alle Gew.-Teile auf 100 Gew.% ergänzen,
- die besagten Körner einen mittleren Korndurchmesser von nicht mehr als 1,5  $\mu\text{m}$  aufweisen.

B: - die Sinterformkörper eine Biegebruchfestigkeit von mind. 500 MPa und eine Vickershärte HV 0,5 von 1.400 bis 1.700 (nach DIN 50 133) besitzen.

Es ist an sich überraschend, daß die erfindungsgemäßen Tragelemente trotz ihrer bis auf einen Wert von 1.400 absenkbaren Vickers-Härte 0,5 eine erheblich verbesserte Verschleißbeständigkeit aufweisen. Wie die Untersuchungen der Erfinder gezeigt haben und wie an sich aufgrund der relativ geringen Härte der erfindungsgemäßen Tragelemente auch zu vermuten war, entstehen durch das über das Tragelement geführte Maschinensieb die bei der Diskussion des Standes der Technik erwähnten Einschnitte bzw. Kanten in den Tragelementen. Die weitere Entwicklung der Einschnitte und Kanten verläuft jedoch insofern gänzlich anders, als mit fortdauernder Versuchszeit eine Abrundung der scharfen Kanten und Einschnitte entsteht, wodurch die Lebenserwartung des Siebes während des weiteren Betriebes in wesentlich geringerem Umfang beeinträchtigt wird. Dieser vorteilhafte Effekt erklärt sich durch die spießförmige Kornform der die Hauptgefügephase der Sinterformkörper bildenden



-7-

Siliziumnitridkörner mit einem 1,5 µm nicht überschreitenden mittleren Durchmesser.

Die gute Korrosionsbeständigkeit der Traglemente erklärt sich durch die erfindungsgemäße Zusammensetzung der Korngrenzenphase, die im Fall der Zugabe von Yttriumoxid aus Yttriumaluminiumsilikat, im Fall der Zugabe von Magnesiumoxid aus einer dem Forsterit ähnlichen Magnesium/Silikatphase besteht, bzw. im Fall der Zugabe von Seltenen Erdoxiden aus entsprechenden Aluminiumsilikatphasen, vorzugsweise einer Ceraluminiumsilikatphase oder Lanthanaluminiumsilikatphase.

Da erfindungsgemäß nur ein maximaler kationischer Verunreinigungsgehalt von weniger als 1 % zugelassen ist, sind die Korngrenzenphasen der Sinterformkörper bei den Tragelementen der vorliegenden Erfindung nur in untergeordneter Menge durch Bestandteile verunreinigt, die in unvermeidbarer Weise eingeschleppt werden und an sich die Korrosionsbeständigkeit und mechanischen Festigkeitswerte negativ beeinflussen können. Als nachteilig und gemäß der Erfindung in Mengen von mehr als 1 Gew.% unbedingt zu vermeiden, sind insbesondere die Ionen des Chlors, Fluors, Eisens, Bariums, Natriums, Kaliums, Strontiums und Kalziums. Die geringe Menge an zugelassener kationischer Verunreinigung schließt jedoch eine Beeinflussung der Eigenschaften aus.

Ein weiterer wesentlicher Aspekt der Erfindung ist die Biegebruchfestigkeit von mindestens 500 MPa.

Unter der in den Patentansprüchen und der Beschreibung genannten Biegebruchfestigkeit ist dabei die Prüfung nach der sogenannten Vierpunkt-Methode zu verstehen.

Bei einer vorzugsweisen Ausführungsform des Tragelementes liegt der Anteil der aus  $\beta$ -Siliziumnitridkörnern bestehenden Hauptgefügephase im Bereich von 77 bis 86 Gew.%. Es hat sich gezeigt, daß Tragelemente aus Sinterformkörpern mit einer in diesem Bereich liegenden Hauptgefügephase einen besonders ausgeprägten Verschleißwiderstand aufweisen. Gemäß weiteren bevorzugten Ausführungsformen weisen die Sinterformkörper zur Zusammensetzung oder Ausbildung der Tragelemente eine Bruchzähigkeit  $K_{Ic} > 6,5 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$  auf; besitzen eine Oberflächenrauigkeit  $R_a < 0,2 \text{ } \mu\text{m}$ , einen thermischen Längenausdehnungskoeffizienten  $\alpha < 3,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  im Temperaturbereich von 20 bis 500 °C und haben eine Biegebruchfestigkeit, die bei mehr als 600 MPa liegt.

Ein wesentlicher Faktor zur Erzielung der vorstehend genannten physikalischen Eigenschaften ist der Korngrößenbereich der Sinterformkörper, der vorzugsweise im Bereich von 0,5 bis 1,5  $\mu\text{m}$ , ganz besonders bevorzugt im Bereich von 0,7 bis 1  $\mu\text{m}$  liegt. Der Messung der Korngröße ist dabei die mittlere Sehnenlänge einer durch ein Schliffbild gelegten Geraden zugrundegelegt. Ein anderer Faktor ist der Kornstreckungsgrad, der in den Sinterkörpern vorliegenden Körner, unter dem das Verhältnis von Länge und Durchmesser der Körner zu verstehen ist.

-9-

Vorzugsweise weisen die Körner der Hauptgefügephase einen Kornstreckungsgrad von 5 bis 9, ganz besonders bevorzugt sogar von 6 bis 8 auf.

Biegebruchfestigkeit und thermischer Längenausdehnungskoeffizient beeinflussen maßgeblich das Thermoschockverhalten. Ein weiterer für das Thermoschockverhalten wichtiger Wert ist der Elastizitätsmodul, der für die Sinterformkörper nach der Erfindung vorzugsweise im Bereich von 250 bis 310 GPa liegt.

Weisen die Sinterformkörper, aus denen die Tragelemente bestehen oder zusammengesetzt sind, eine Bruchzähigkeit  $> 6,5 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$  auf, wirkt sich dies insbesondere vorteilhaft hinsichtlich der Handhabbarkeit aus und macht die Tragelemente gegenüber mechanischen Einflüssen, wie Durchbiegung und Schlagbeanspruchung, unempfindlicher. Auch diese Eigenschaft wird durch die Mikrostruktur beeinflusst, denn die spießförmig ausgebildeten Körner der Sinterformkörper bewirken einen Rissablenkungsmechanismus, indem ein auftretender Riss das Korn umläuft, wobei seine Energie aufgezehrt wird. Ein weiterer Einflußfaktor für diesen Mechanismus ist neben dem spießförmig ausgebildeten Korn die Ausbildung der Korngrenzphase. Wie vorstehend angegeben, umläuft der Riss das Korn, d.h. er durchläuft die Korngrenzphase, wobei zweckmäßigerweise der interkristalline Bruchanteil  $> 30 \%$ , vorzugsweise  $> 50 \%$  ist.

-10-

Die Porosität der Sinterformkörper beträgt vorzugsweise maximal 5 %, besonders bevorzugt weniger als 3 % und überschreitet gemäß einer ganz besonders bevorzugten Ausführungsform nicht den Wert von 0,5 %.

Die bei den erfindungsgemäßen Tragelementen einzustellende Porengröße sollte vorzugsweise nicht kleiner als 1 und nicht gröber als 50  $\mu\text{m}$  sein, wobei sich insbesondere ein Mittelwert der Porengröße von 2 bis 8  $\mu\text{m}$  als geeignet erwiesen hat.

Bei der Herstellung der Sinterformkörper, die zur Ausbildung der erfindungsgemäßen Tragelemente dienen, wird von Ausgangszusammensetzungen mit einer mittleren Korngröße von 0,1 bis 1  $\mu\text{m}$  ausgegangen, wobei die Ausgangszusammensetzung wie folgt zusammengesetzt ist:

- 4 bis 6 Gew.% Siliziumdioxid,
- 2 bis 5 Gew.% Aluminiumoxid,
- mehr als 8 bis 12 Gew.% Seltenes Erdoxid und/oder Yttriumoxid und/oder Magnesiumoxid,
- einem Anteil sonstiger Substanzen, der zu einem Gehalt von weniger als 1 Gew.% kationischer Verunreinigungen führt,
- Rest Siliziumnitrid, wobei sich alle Gewichtsteile auf 100 Gew.% ergänzen.

In an sich bekannter Weise können zur Mahlung einer in dieser Korngröße vorliegenden Ausgangszusammensetzung Wasser oder andere geeignete Medien, wie z.B. Alkohole, Benzin oder Aceton eingesetzt werden. Als temporäre Bindemittel dienen z.B. Polyvinylalkohol oder Polyäthylenglykol. Die fertig gemahlene Mischung kann zur Erzeugung eines rieselfähigen Granulates

-11-

sprühgetrocknet werden und durch axiales oder isostatisches Pressen, durch Schlickerguß oder durch Extrudieren zu einem grünen Körper geformt werden, der durch Sintern unter Stickstoffatmosphäre von 0,1 - 0,2 MPa während eines Zeitraumes von 2 bis 8 Stunden auf eine Temperatur von 1.700 bis 1.850 °C aufgeheizt und bei dieser Temperatur 1 bis 8 Stunden lang gehalten wird. Nach Abkühlen des gesinterten Körpers erfolgt die Nachbearbeitung zur Einstellung der geforderten Oberflächenqualität, z.B. mit kunststoffgebundenen Diamantschleifscheiben. Eine alternative Sintermethode ist das Gasdrucksintern bei mehr als 0,2 bis 20 MPa Stickstoffdruck und Temperaturen im Bereich von 1.700 bis 1.950 °C bei einer gleichen Aufheizzeit und Haltezeit wie vorstehend zum drucklosen Sintern angegeben.

Als Seltenes Erdoxid werden bevorzugt eingesetzt die Oxide des Cers oder Lanthans oder eine Mischung dieser beiden Oxide. Das vorstehend - auch in seiner Herstellung - beschriebene Tragelement wird erfindungsgemäß in einem Verfahren zum Entwässern eines Faserstoffbreies verwendet, bei dem ein Sieb bzw. der Filz einer Papier- oder Kartonmaschine über das Tragelement geführt wird.

## Patentansprüche

1. Tragelement für das Sieb bzw. den Filz einer Papier- oder Kartonmaschine, wie Siebtisch, Stütztisch, Foil, Saugkastenbelag, Deflektor und Rohrsauger, welches sowohl der Sieb- oder Filzunterstützung als auch der Entwässerung dient und aus einem oder mehreren zusammengesetzten Sinterformkörpern auf Basis von Siliziumnitrid besteht, dadurch gekennzeichnet, daß:  
  
A: - die Hauptgefügephase der Sinterformkörper aus spießförmigen  $\beta$ -Siliziumnitridkörnern besteht,  
- die besagten Körner von einer amorphen oder teilkristallinen Korngrenzenphase umgeben sind, die aus:  
einer Seltenen Erde/Aluminiumsilikatphase und/oder  
einer Yttriumaluminiumsilikatphase und/oder  
einer Magnesium/Aluminiumsilikatphase besteht,  
- der Gehalt an kationischen Verunreinigungen im Sinterformkörper weniger als 1 Gew.% beträgt,

-13-

- wobei sich alle Gew.-Teile auf 100 Gew.% ergänzen,
- die besagten Körner einen mittleren Korndurchmesser von nicht mehr als 1,5  $\mu\text{m}$  aufweisen.

B: die Sinterformkörper eine Biegebruchfestigkeit von mind. 500 MPa und eine Vickershärte HV 0,5 (nach DIN 50 133) von 1.400 bis 1.700 besitzen.

2. Tragelement nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Korngrenzenphase eine Ceraluminiumsilikatphase und/oder eine Lanthanaluminiumsilikatphase ist.
3. Tragelement nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der aus  $\beta$ -Siliziumnitrid-Körnern bestehenden Hauptgefügephase im Bereich von 77 bis 86 Gew.% liegt.
4. Tragelement nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Sinterformkörper eine Bruchzähigkeit  $K_{IC} > 6,5 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$  aufweisen.
5. Tragelement nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Sinterformkörper eine Oberflächenrauigkeit  $R_a < 0,2 \text{ } \mu\text{m}$  aufweisen.

6. Tragelement nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Sinterformkörper einen thermischen Längenausdehnungskoeffizienten  $\alpha$  von 20 °C bis 500 °C von  $< 3,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aufweisen.
7. Tragelement nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Sinterformkörper eine Biegebruchfestigkeit  $> 600 \text{ MPa}$  aufweisen.
8. Tragelement nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die im Sinterformkörper vorliegenden Körner der Hauptgefügephase eine Korngröße von 0,5 bis 1,5  $\mu\text{m}$  - gemessen als mittlere Sehnenlänge der Anzahlverteilung - aufweisen.
9. Tragelement nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die im Sinterformkörper vorliegenden Körner der Hauptgefügephase eine Korngröße von 0,7 bis 1  $\mu\text{m}$  - gemessen als mittlere Sehnenlänge der Anzahlverteilung - aufweisen.
10. Tragelement nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die im Sinterformkörper vorliegenden Körner der Hauptgefügephase einen Kornstreckungsgrad von 5 bis 9 aufweisen.
11. Tragelement nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die im Sinterformkörper vorliegenden Körner der



Hauptgefügephase einen Kornstreckungsgrad von 6 bis 8 aufweisen.

12. Tragelement nach einem der Ansprüche 1 bis 11, gekennzeichnet durch eine Porosität der Sinterformkörper von maximal 5 %.
13. Tragelement nach einem der Ansprüche 1 bis 12, gekennzeichnet durch einen Porengrößenbereich der Sinterformkörper von 1 bis 50  $\mu\text{m}$  und einen Mittelwert der Porengröße von 2 bis 8  $\mu\text{m}$ .
14. Verfahren zur Herstellung eines Tragelementes nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß eine Ausgangszusammensetzung mit einer mittleren Korngröße von 0,1 bis 1  $\mu\text{m}$  aus:
  - 4 bis 6 Gew.% Siliziumdioxid,
  - 2 bis 5 Gew.% Aluminiumoxid,
  - mehr als 8 bis 12 Gew.% Seltenes Erdoxid und/oder Yttriumoxid und/oder Magnesiumoxid, einem Anteil sonstiger Substanzen, der zu einem Gehalt von weniger als 1 Gew.% kationischer Verunreinigungen führt,
  - Rest Siliziumnitrid, wobei sich alle Gewichtsteile auf 100 Gew.% ergänzen,hergestellt und aus der Zusammensetzung ein Grünkörper gebildet wird, der gebildete Grünkörper auf eine Temperatur von 1.700 bis 1.850 Grad unter Stickstoffatmosphäre von 0,1 - 0,2 MPa während einer Zeit von 2 bis 8 Stunden aufgeheizt wird, diese Temperatur während einer Zeit von 1 bis 8 Stunden eingehalten und der gebildete

-16-

Sinterkörper anschließend zur Einstellung der geforderten Oberflächenqualität geschliffen wird.

15. Verfahren zum Herstellen eines Tragelementes nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß eine Ausgangszusammensetzung mit einer mittleren Korngröße von 0,1 bis 1 µm aus:

4 bis 6 Gew.% Siliziumdioxid,  
2 bis 5 Gew.% Aluminiumoxid,  
mehr als 8 bis 12 Gew.% Seltenes Erdoxid  
und/oder Yttriumoxid und/oder Magnesiumoxid,  
einem Anteil sonstiger Substanzen, der zu einem  
Gehalt von weniger als 1 Gew.% kationischer  
Verunreinigungen führt,  
Rest Siliziumnitrid, wobei sich alle  
Gewichtsteile auf 100 Gew.% ergänzen,  
hergestellt und aus der Zusammensetzung ein  
Grünkörper gebildet wird, der gebildete Grünkörper  
einem Vorsintergang unterworfen wird und  
anschließend während einer Zeit von 2 bis 8  
Stunden auf eine Temperatur im Bereich von 1.700  
bis 1.950 Grad aufgeheizt wird, diese Temperatur  
während einer Zeit von 1 bis 8 Stunden gehalten  
wird, wobei während der Aufheizzeit und Haltezeit  
ein Stickstoffdruck von > 0,2 bis 20 MPa  
eingestellt und  
der Körper im Anschluß daran zur Einstellung der  
geforderten Oberflächenqualität geschliffen wird.

16. Verfahren zur Herstellung eines Tragelementes nach Anspruch 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet, daß als Seltenes Erdoxid Ceroxid und/oder Lanthanoxid verwendet wird.

-17-

17. Verfahren zum Entwässern eines wäßrigen Faserstoffbreies, bei dem ein Sieb bzw. der Filz einer Papier- oder Kartonmaschine über ein Tragelement nach einem der Ansprüche 1 bis 13 geführt wird.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP 92/00847

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl.<sup>5</sup> C04B35/58; D21F1/48

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl.<sup>5</sup> C04B; D21F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	GB, A, 2 165 860 (UNITED TECHNOLOGIES CORPORATION) 23 April 1986 see page 1, line 130 - page 2, line 49; claim 1; example 1	14, 15
A	--- CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 93, No. 24, 1980, Columbus, Ohio, US; abstract No. 224669H, TOSHIBA CERAMICS CO., LTD.: 'Ceramic-coated supports for wires in papermaking machines' & JP-A-55084494 see abstract	1-13, 17
A	--- DE, A, 2 950 024 (KYOTO CERAMIC K.K.) 26 June 1980 (cited in the application) see page 7; claim 1; table 3 -----	1, 3, 6, 12, 17

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

## \* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

5 August 1992 (05.08.92)

Date of mailing of the international search report

13 August 1992 (13.08.92)

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office  
Facsimile No.

Authorized officer

Telephone No.

**ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT  
ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.**

EP 9200847  
SA 59230

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on  
The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information. 05/08/92

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB-A-2165860	23-04-86	US-A- 4600182	15-07-86
		DE-A- 3537208	24-04-86
		JP-A- 61101468	20-05-86
-----			
DE-A-2950024	26-06-80	JP-A- 55080591	17-06-80
		CA-A- 1128352	27-07-82
-----			

<b>I. KLASSIFIKATION DES ANMELDUNGSGEGENSTANDS</b> (bei mehreren Klassifikationssymbolen alle anzugeben) <sup>6</sup>		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
Int.Kl. 5 C04B35/58; D21F1/48		
<b>II. RECHERCHIERTE SACHGEBIETE</b>		
Recherchierter Mindestprüfstoff <sup>7</sup>		
Klassifikationssystem	Klassifikationssymbole	
Int.Kl. 5	C04B ; D21F	
Recherchierte nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Sachgebiete fallen <sup>8</sup>		
<b>III. EINSCHLAGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN</b> <sup>9</sup>		
Art. <sup>o</sup>	Kennzeichnung der Veröffentlichung <sup>11</sup> , soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile <sup>12</sup>	Betr. Anspruch Nr. <sup>13</sup>
X	GB,A,2 165 860 (UNITED TECHNOLOGIES CORPORATION) 23. April 1986 siehe Seite 1, Zeile 130 - Seite 2, Zeile 49; Anspruch 1; Beispiel 1	14, 15
A	--- CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 93, no. 24, 1980, Columbus, Ohio, US; abstract no. 224669H, TOSHIBA CERAMICS CO., LTD.: 'Ceramic-coated supports for wires in papermaking machines' & JP-A-55084494 siehe Zusammenfassung	1-13, 17
A	--- DE,A,2 950 024 (KYOTO CERAMIC K.K.) 26. Juni 1980 in der Anmeldung zitiert siehe Seite 7; Anspruch 1; Tabelle 3	1, 3, 6, 12, 17
<p><sup>o</sup> Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen<sup>10</sup>:</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" Älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"&amp;" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>		
<b>IV. BESCHEINIGUNG</b>		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absenddatum des internationalen Recherchenberichts	
05.AUGUST 1992	13. 08. 92	
Internationale Recherchenbehörde	Unterschrift des bevollmächtigten Bediensteten	
EUROPAISCHES PATENTAMT	HAUCK H.N. <i>Hf</i>	

# ANHANG ZUM INTERNATIONALEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE INTERNATIONALE PATENTANMELDUNG NR.

EP 9200847  
SA 59230

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten internationalen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.  
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am 05/08/92.  
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
GB-A-2165860	23-04-86	US-A- 4600182	15-07-86
		DE-A- 3537208	24-04-86
		JP-A- 61101468	20-05-86
-----			
DE-A-2950024	26-06-80	JP-A- 55080591	17-06-80
		CA-A- 1128352	27-07-82
-----			

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

THIS PAGE BLANK (USPTO)

98-639